


# STABILIZATION TO LEAFING

<b>Patent number:</b>	JP53045331 (A)	<b>Also published as:</b>
<b>Publication date:</b>	1978-04-24	 JP62024460 (B)
<b>Inventor(s):</b>	ISHIJIMA SHIZUO; HAYASHI YUKIO +	
<b>Applicant(s):</b>	ASAHI CHEMICAL IND +	
<b>Classification:</b>		
- international:	C09C1/00; C09C1/62; C09D7/00; C09D7/12; C09C1/00; C09C1/62; C09D7/00; C09D7/12; (IPC1-7): C09C1/62; C09D7/00	
- european:		
<b>Application number:</b>	JP19770125090 19771020	
<b>Priority number(s):</b>	JP19770125090 19771020	

## Abstract of JP 53045331 (A)

**PURPOSE:** To impart improved stability to leafing to a leafing metal powder pigment, by adding a non-aqueous solvent having a specific surface tension incorporated with a leafing stabilizer consisting of a fatty acid and an amine compound to the metal powder pigment.

Data supplied from the *espacenet* database — Worldwide

## 公開特許公報

昭53—45331

⑤Int. Cl.<sup>2</sup>

識別記号

⑥日本分類

庁内整理番号

⑬公開 昭和53年(1978)4月24日

C 09 C 1/62

24(1) C 2

7142—47

C 09 D 7/00

24(3) A 01

6737—48

発明の数 1

審査請求 未請求

(全 5 頁)

## ⑭リーフイング安定化方法

工業株式会社内

⑯特 願 昭52—125090

⑰出 願 昭49(1974)7月31日

特 願 昭49—86916の分割

⑱発 明 者 石嶋静夫

富士市鮫島2番地の1 旭化成

⑲発 明 者 林行男

富士市鮫島2番地の1 旭化成

工業株式会社内

⑳出 願 人 旭化成工業株式会社

大阪市北区堂島浜通1丁目25番

地ノ1

## 明 細 書

## 1. 発明の明称

リーフイング安定化方法

## 2. 特許請求の範囲

25 dyn・cm<sup>-1</sup>(20℃)以上の表面張力を有する非水系溶剤に炭素数6から24の脂肪酸の1種または2種以上と該脂肪酸の等モル量の、炭素数1から10までの直鎖若しくは側鎖脂肪酸アミン、環状脂肪酸アミン、芳香族アミンまたはモルホリンから選ばれた1種または2種以上のアミン化合物とからなるリーフイング安定化剤を溶解あるいは分散せしめ、これを金属粉顔料のミリングまたは予備分散の過程で添加することを特徴とするリーフイング安定化方法。

## 3. 発明の詳細な説明

本発明はリーフイング性金属粉顔料のリーフイング安定化方法に関するもので、少なくとも1種または2種以上の炭素数6から24の脂肪酸および該脂肪酸と等モル量の少なくとも1種または2種以上の特定アミン化合物よりなるリーフイング

安定化剤を提供し、且つ25 dyn・cm<sup>-1</sup>(20℃)以上の表面張力を有する非水系溶剤に上記リーフイング安定化剤を溶解あるいは分散せしめ、これを金属粉顔料のミリングまたは予備分散の過程で添加してリーフイング性の安定化を可能にしようとするものである。

従来アルミニウム、真鍮その他の金属粉末より成る金属粉顔料を塗料に混合し塗装せる際、金属粉顔料を塗面に浮遊せしめて鏡状表面を形成せしめる、いわゆる金属粉顔料にリーフイング性を与える方法として一般に金属粉末を可及的に薄片状たらしめこれにステアリン酸の如き脂肪酸の吸着被膜を形成せしめてリーフイング性ある金属粉顔料を得ることが知られている。しかしこうして得られた金属粉顔料は、高酸価ビヒクルの使用、極性溶剤の使用、水分の混入、鉛またはマンガンドライヤーの使用、および過度の攪拌の際に著しくリーフイング性が低下するため、たとえば合成樹脂系塗料および水性塗料などに使用できず、著しく用途が制限されているのが現状である。

然るに本発明者らは前記の如き欠点を根本的に解決するため、金属粉顔料のリーフイング安定性におよぼす諸因子を検討している過程で、リーフイング安定性を高めるためには金属粉顔料の吸着被膜の組成、吸着層の厚みおよび吸着方法が重要なることを見出し、鋭々検討の結果従来のものに比較して極めてすぐれたリーフイング安定性を賦与する安定化剤および安定化方法を確立するに至つた。

本発明の実施に当つて使用する金属粉顔料としては金属粉末を可及的に薄片状たらしめこれにステアリン酸の如き脂肪酸の吸着被膜を形成せしめて得たリーフイング性ある金属粉顔料で、市販のアルミニウム、真鍮、銅その他の金属粉顔料、金属粉顔料ペーストおよび製造過程中の半製品も含まれる。

上記の金属粉顔料に対して有効なリーフイング安定化剤として炭素数6から24の飽和および不飽和脂肪酸、たとえばカブロン酸、エナント酸、カプリル酸、ペラルゴン酸、カプリル酸、ウンデ

カン酸、ラウリン酸、トリデカン酸、ミリスチン酸、ペンタデカン酸、パルミチン酸、マーガリン酸、ステアリン酸、ノナデカン酸、アラキン酸、ベヘン酸、リグノセリン酸、トウハク酸、ゾーマリン酸、オレイン酸、エライジン酸、エルカ酸、およびセラコレイン酸のうち少なくとも1種または2種以上使用できるが、望ましくは炭素数12から22までのノルマル飽和脂肪酸である。該金属粉顔料に対する添加量は、該金属粉顔料の脂肪酸吸着量に左右されるが従来品の場合約10mg/gであり、この場合には、1重量%から30重量%の範囲で添加しリーフイング安定性を調節することができる。ここで、1%以下では効果は極めて僅かであり、30%以上添加するとリーフイング安定性は向上するが光沢低下などの塗膜欠陥を与えるので望ましくない。本発明の特徴とするところは、上記該脂肪酸のほか該脂肪酸と等モル量の特定のアミン化合物を該脂肪酸と同時に添加使用することである。本発明で使用できるアミン化合物としては、脂肪族アミン例えば、メチルアミ

ン、

エチルアミン、プロピルアミン、イソプロピルアミン、ターシャリブチルアミン、ブチルアミン、ペンチルアミン、1-アミノ-2-メチルブタン、ヘキシルアミン、オグチルアミン、ラウリルアミンおよびそれらの第二級、第三級アミン、環状脂肪族アミン例えばシクロヘキシルアミン、ジシクロヘキシルアミン、芳香族アミン、例えばフェニルアミン、ベンジルアミン、ジフェニルアミン、トリフェニルアミン、ジベンジルアミン、およびモルホリンなどが使用できる。アミン化合物の中でオキシアルキルアミン、例えばエタノールアミン、ジエタノールアミン、トリエタノールアミン、2-アミノプロパン-1-オール、1-アミノブタン-2-オール、および脂肪族アミンの中ステアリルアミンなどは実用上効果がないので本発明より除外される。本発明に使用できるアミン化合物の添加量は、前述の通り本発明の該脂肪酸に対し等モル使用し過不足を生じないことが重要であり、過不足を生じるとリーフイング安定性は著しく阻害される。したがつて、少なくとも1種

または2種以上の炭素数6から24の脂肪酸および該脂肪酸と等モル量の少なくとも1種または2種以上の上記アミン化合物よりなるものが本発明のリーフイング安定化剤となる。

本発明のリーフイング安定化剤を有効に適用するためには実施例で具体的に説明する如く、リーフイング安定化剤を $25 \text{ dyn} \cdot \text{cm}^{-1}$  (20℃)以上の表面張力を有する非水系溶剤に溶解あるいは分散せしめ、これを金属粉顔料のミリングまたは予備分散の過程で所定量添加し、80℃以下の温度で十分に吸着させることが重要であり、然るのち必要に応じ各種配合物、たとえば添加剤、顔料、バインダー、各種稀釈剤などを混合し加工することが望ましい。ここで、非水系溶剤の表面張力を $25 \text{ dyn} \cdot \text{cm}^{-1}$  (20℃)以上に規定したのは、 $25 \text{ dyn} \cdot \text{cm}^{-1}$ 以下の非水系溶剤は著しくリーフイング性を阻害する事実に基づいている。したがつて、本発明に使用できる $25 \text{ dyn} \cdot \text{cm}^{-1}$  (20℃)以上の非水系溶剤には：例えばミネラルスピリット、メチルイソブチルケトン、シクロヘキサノン、ト

ルエン、キシレン、ソルベントナフサ、テトラリン、デカリン、エチルセロソルブ、酢酸エチルセロソルブなどがあるが、これらは1種または2種以上使用することが可能であり、また表面張力の低い溶剤を混合併用することもできる。溶剤の使用量はリーフイング安定化の面からは特に規定されるものではないが、望ましくは上記リーフイング安定剤を十分に溶解あるいは分散せしめるための量が必要である。

以下実施例をあげるが部数はすべて重量部である。

#### 実施例 1

次の方法でリーフイング安定剤を作る。特級試薬パルミチン酸25.6部、および2-エチルブチルアミン10.1部をキシロール220.3部に加温しながらよくかきまぜ溶解させる。これが本発明のリーフイング安定剤である。

市販のリーフイングタイプアルミペースト350部に上記リーフイング安定剤125部をよく混練し吸着させる。これは100%アルミ粉に対し

リーフイング安定剤とパルミチン酸換算で5.5重量%添加したものである。

上記リーフイング安定化アルミペーストの分散液を30部用意しこれにメラミン/アクリル樹脂270部を徐々に添加しよく攪拌する。これをキシロールを用い16秒(フォードカップ#4、20℃)に調整する。こうして出来たシルバー塗料を密閉したに入れる。使用したアクリル樹脂はアクリデック45-468(大日本インキ製)、メラミン樹脂はスーパーベツカミンJ820(大日本インキ)である。

アルミペーストのリーフイング安定性は、DIN 55923に準じたスパーテル法により該塗料の20℃におけるリーフイング価の経時変化を測定して求めた。即ち、該塗料の初期のリーフイング価は65%で、3ヶ月間室温に放置したのも全くリーフイング価が低下せず65%であつた。

本発明のリーフイング安定化方法と比較するために、上記リーフイング安定剤を全く含まぬ市販リーフイングタイプアルミペーストをメラミン

/アクリル樹脂に本発明の場合と同様にして混入しシルバー塗料を調整する。この塗料の初期リーフイング価は60%であつたが10日後には0%となり、シルバー塗料としては使用不可能であつた。

表 1

脂肪酸の種類	アルミ粉末009 に対する添加量(%)	アミン化合物の種類 <sup>*1</sup>	非水系溶剤	リーフイング安定性 <sup>*2</sup>
カプリン酸	5.0	トリエチルアミン	キシロール	2ヶ月
ミリスチン酸	5.0	ジフェニルアミン	キシロール	2ヶ月
ステアリン酸	2.0	ジ-n-ブチルアミン	キシロール	2ヶ月
"	5.0	エチルアミン	キシロール/デカリン	2.5ヶ月
"	"	シクロヘキシルアミン	ミネラルスピリット	2.5ヶ月
"	"	ジ-n-ブチルアミン	キシロール/エチルセロソルブ	3ヶ月以上
"	"	ジフェニルアミン	シクロヘキサノン	2.5ヶ月
"	"	ジシクロヘキシルアミン	キシロール	3ヶ月以上
"	"	ジベンジルアミン	トルエン	2.5ヶ月
"	"	トリエチルアミン	ソルベントナフサ	2.5ヶ月
"	"	トリブチルアミン	ソルベントナフサ/テトラリン	2.5ヶ月
"	"	トリヘキシルアミン	酢酸エチルセロソルブ	2.5ヶ月
"	10.0	ジ-n-ブチルアミン	キシロール	3ヶ月以上
"	20.0	ジ-n-ブチルアミン	キシロール	3ヶ月以上
ベヘン酸	5.0	メチルアミン	キシロール	2.5ヶ月

注) \*1 アミン化合物の添加量は該脂肪酸の等モル量である。

\*2 初期リーフイング価を保持する期間を示す。

## 実施例 2

実施例 1 と全く同様にして、脂肪酸の種類およびアルミ粉末に対する添加量、アミン化合物の種類、および非水系溶剤の種類を変えてメラミン/アクリル樹脂中でのリーフイング安定性を調べた。結果を表 1 に示す。

リーフイング安定化剤を用いないものは実施例 1 で述べた通り、リーフイング安定性は 10 日間であり、本発明のリーフイング安定化剤は表 1 の結果から明らかな通り、極めてすぐれたものである。

## 実施例 3

実施例 1 と同様にして、ステアリン酸/シクロヘキシルアミン系のリーフイング安定化剤を作り、市販アルミペーストに吸着させ、得られたリーフイング安定化ペーストにフタル酸系樹脂を徐々に添加してフタル酸系シルバーペイントを調整した。すなわち、

市販アルミペースト 200 部  
リーフイング安定化剤 25 部  
(ステアリン酸有効成分 50%)

ベッコゾール J-P 470 433 部  
(日本ライヒホルド製)

ドライヤーナフテックス C05% 4 部  
キシロール 367 部  
1029 部

このシルバーペイントを密閉した に入れ室温で放置した。初期リーフイング価 80% が 1 年間以上保持された。本発明のリーフイング安定化剤を用いないものは 15 日間でリーフイング価が 0% となつた。

## 実施例 4

3/16~3/8 インチの鋼球 43 部を含有する幅 60 インチ直径 24 インチのボールミルに 400 μ 級の粒状アルミニウム粉 2000 g、潤滑剤としてステアリン酸 60 g およびミネラルスピリット 1720 g を充填する。ミルは 6 時間、65 回転/分で回転し、その間、追加のミネラルスピリット 2500 g を加える。それから、ミルで処理した内容物を、フィルタープレスで圧過し 75% 金属分とする。得られた 75% フィルターケーキを加

温可能なミキサーに装入し、これに実施例3のリーフイング安定化剤240gおよびソルベントオプサ354gを添加し50℃で30分間十分に混練し製品とする。このようにして製造された製品を実施例3のフタル酸系樹脂に混入したものは、1年以上初期のリーフイング価が保持された。

#### 実施例5

実施例4で製造したリーフイング安定化ペースト5部をpH9.5のアクリルエマルジョンポリロンA55(旭化成工業製)200部に分散せしめ、アルミ粉末の化学安定性、特に水素ガス発生量を調べた結果、30分で1.5%のガス発生が認められたが以後全くガス発生がなかつた。比較のために試験した市販アルミペーストは60分でほぼ100%のガス発生が認められた。以上のことから、本発明のリーフイング安定化剤および安定化方法は従来不可能視されていた既調合水性シルバーペイントおよびその他の水性化を可能せしめるものである。

従来のリーフイングタイプアルミペーストは、

メラミン/アクリル系樹脂やフタル酸系樹脂のような高価ビヒクルおよび極性溶剤を多量に使用する場合はリーフイング性が阻害され実用性が全くなかつたが、本発明のリーフイング安定化剤お安定化方法により安定化したアルミペーストは実施例で詳細述べた通り極めてすぐれたリーフイング安定性を示し、且つpH9.5の水性塗料中での水素ガス発生もほとんど認められないことから、従来のアルミペーストでは使用不可能であつた既調合タイプ合成樹脂系シルバー塗料、熱硬化タイプクローム仕上げ用塗料、および水性シルバー塗料など新規な用途への適用が可能となつた。

特許出願人 旭化成工業株式会社